

Тиакраун-эфир (II, C<sub>24</sub>H<sub>44</sub>O<sub>4</sub>S<sub>4</sub>). Вязкое масло; выход 48% (А). Спектр ПМР (250 МГц, CDCl<sub>3</sub>): 1,41 (4 Н, м, CH<sub>2</sub>), 1,60 (8 Н, м, CH<sub>2</sub>), 1,79 (8 Н, м, CH<sub>2</sub>), 2,78 (8 Н, т, J = 7 Гц, CH<sub>2</sub>S), 3,60 (16 Н, м, CH<sub>2</sub>O). Масс-спектр, m/z (относительная интенсивность, %): 442 (3), 360 (63), 301 (15), 212 (22), 180 (32), 124 (43), 103 (54), 45 (100).

Тиакраун-эфир (III, C<sub>28</sub>H<sub>44</sub>O<sub>2</sub>S<sub>4</sub>). Выход 50% (Б). T<sub>пл</sub> 224 °С. Спектр ПМР (360 МГц, CDCl<sub>3</sub>): 1,62 (8 Н, м, CH<sub>2</sub>), 1,70 (4Н, уш. с, CH), 1,89 (8 Н, м, CH<sub>2</sub>), 2,52 (8 Н, м, CH, CH<sub>2</sub>), 2,84 (8 Н, т, J = 6,5 Гц, CH<sub>2</sub>S), 3,71 (8 Н, т, J = 6,5 Гц, CH<sub>2</sub>O). Масс-спектр, m/z (относительная интенсивность, %): 540 (3), 404 (2), 270 (22), 238 (13), 202 (5), 166 (100).

Авторы признательны НТП «Тонкий органический синтез» Госкомитета РФ по высшему образованию за поддержку настоящего исследования.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Voronkov M. G., Knutov V. I. // Sulfur Reports. — 1986. — Vol. 6. — P. 137.
2. Cooper S. R. // Acc. Chem. Res. — 1988. — Vol. 21. — P. 141.
3. Bartsch R. A., Czech B. P., Huang Z., Strzelbicka B., Holwerda R. A. // J. Coord. Chem. — 1988. — Vol. 18. — P. 105.
4. DeGroot B., Loeb S. J. // Inorg. Chem. — 1991. — Vol. 30. — P. 3103.
5. Edema J. J. H., Hoogenraad M., Kellogg R. M., Kooijman H., Spek A. L. // J. Org. Chem. — 1993. — Vol. 58. — P. 5282.

В. В. Самошин, К. В. Кудрявцев, Н. С. Зефиоров

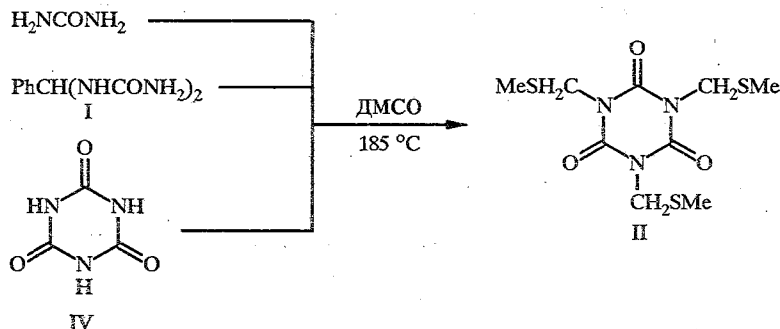
Московская государственная академия  
тонкой химической технологии  
им. М. В. Ломоносова, Москва 117571

Поступило в редакцию 17.10.94

Московский государственный университет  
им. М. В. Ломоносова, Москва 119899

### ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ ДМСО С МОЧЕВИНАМИ — ОДНОСТАДИЙНЫЙ ПУТЬ К 1,3,5-ТРИС(МЕТИЛТИОМЕТИЛ)-1,3,5-ТРИАЗИН-2,4,6-ТРИОНУ

В литературе имеется ряд сообщений о реакциях N-метилтиометилирования диметилсульфоксидом некоторых азотсодержащих соединений, например амидов [1, 2], фталазиндионов [3]. Однако до сих пор не изучались высокотемпературные превращения мочевины под действием ДМСО. Мы установили, что кипячение мочевины или бензилиденбисмочевины (I) в ДМСО приводит к продукту (II) с выходами 16% или 20% соответственно. В случае бисмочевины I с выходом 33% образуется также продукт ее внутримолекулярной циклизации (III), полученный ранее из бензальдегида и мочевины [4].



Нами показано, что в тех же условиях изоциануровая кислота (IV) образует с ДМСО также продукт II с выходом 58%. Это обстоятельство позволяет полагать, что кислота IV является во всех указанных выше случаях промежуточным продуктом при синтезе соединения II, а низкие выходы последнего, очевидно, прежде всего связаны с незначительным образованием этой кислоты. Синтез продукта II скорее всего происходит по типу перегруппировки Пуммерера с участием диметилсульфоксида [5] и изоциануровой кислоты.

Строение соединений II и III подтверждено спектральными данными.

1,3,5-трис(метилгидрометил)изоциануровая кислота (II,  $C_9H_{15}N_3O_3S_3$ ).  $T_{пл}$  98...99 °C. ИК спектр: 1698  $cm^{-1}$  (C=O). Спектр ЯМР  $^1H$  ( $CDCl_3$ ,  $\delta$ ): 2,32 (9H, с, 3  $CH_3$ ), 5,01 м. д. (6H, с, 3  $CH_2$ ). Спектр ЯМР  $^{13}C$  (ДМСО- $D_6$ ,  $\delta$ ): 49,40 ( $CH_2$ ), 151,21 м. д. (C=O).

2-Фенилизотиоциануровая кислота (III).  $T_{пл}$  269...270 °C (лит. 270 °C [4]). ИК спектр: 1700 (C=O), 3320 (NH), 3390  $cm^{-1}$  (NH). Спектр ЯМР  $^1H$  (ДМСО- $D_6$ ,  $\delta$ ): 5,75 (1H, с, CH), 8,35 (2H, с, 2NH), 9,60 (1H, с, NH), 7,62 (5H, м,  $H_{аром}$ ).

Данные элементного анализа соединений II и III на C, H, N соответствуют расчетным.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Traynelis V. J., Hergenrother W. Z. // J. Org. Chem. — 1964. — Vol. 29. — P. 221.
2. Santosusso T. M., Swern D. // Tetrah. Lett. — 1974. — N 48. — P. 4255.
3. Cruba W., Sedzik-Hibner D. // Zasz. nauk. U. Y. Acta Chim. — 1991. — N 35. — P. 57.
4. Das-Gupta Y. M. // J. Chem. Soc. — 1933. — Vol. 10. — P. 111.
5. Russel G. A., Mikol G. Y. Mechanisms of Molecular Migration / Ed. B. S. Thuagarajan. Intersc. Publishers. — New York, 1968. — Vol. 1. — P. 157.

А. А. Бакибаев, А. Ю. Яговкин, В. В. Перминов

Томский политехнический университет,  
химико-технологический факультет,  
Томск 634004

Поступило в редакцию 31.08.94

ХГС.— 1995. — № 1. — С. 134.

## 2(5H)-ФУРАНОН В РЕАКЦИИ ВИЛЬСМЕЙЕРА—ХААКА

Взаимодействием 2(5H)-фуранона со смесью ДМФА— $POCl_3$  в условиях реакции Вильсмейера—Хаака с последующей обработкой реакционной смеси концентрированной  $HClO_4$  получена резонансно-стабилизированная соль (I). Последняя в условиях щелочного гидролиза (рН 8) превращается в 5-формилфуранон (II). При взаимодействии с сильной  $CH$  кислотой — кислотой Мельдрума — соль I и енаминоальдегид II образуют производное 5-гидрокси-2,4-фурандикарбальдегида (III).

Структура соединений II и III доказана методом РСА.

3-(N,N-Диметиламиноэтилиден)-5-(N,N-диметиламиноэтилиден)-2(3H)-фуранон перхлорат (I,  $C_{10}H_{15}ClN_2O_6$ ). Выход 75%,  $T_{пл}$  245 °C (разл.). ИК спектр (нуйол): 1740 и 1725  $cm^{-1}$ . Спектр ПМР ( $CF_3COOD$ ): 3,43 (3H, с,  $CH_3-N$ ), 3,47 (3H, с,  $CH_3-N$ ), 3,53 (3H, с,  $CH_3-N$ ), 3,57 (3H, с,  $CH_3-N$ ), 7,50 (1H, с, CH), 7,85 (1H, с, CH), 8,02 м. д. (1H, с, CH).

3-(N,N-Диметиламиноэтилиден)-5-формил-2(3H)-фуранон (II,  $C_8H_9NO_3$ ). Выход 70%,  $T_{пл}$  194 °C (разл.). УФ спектр (вода),  $\lambda_{max}$  (lg  $\epsilon$ ): 290 (3,84), 384 нм (4,53). ИК спектр (нуйол): 1650 и 1720  $cm^{-1}$ . Спектр ПМР ( $CDCl_3$ ): 3,26 (3H, с,  $CH_3-N$ ), 3,46 (3H, с,  $CH_3-N$ ), 6,46 (1H, с, CH), 7,66 (1H, с, CH), 9,56 м. д. (1H, с, CHO).